

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-31545

(P2001-31545A)

(43)公開日 平成13年2月6日 (2001.2.6)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

A 61 K 7/16

C 08 L 29/04

識別記号

F I

テ-マコード(参考)

A 61 K 7/16

4 C 08 3

C 08 L 29/04

C 4 J 00 2

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平11-203476

(22)出願日 平成11年7月16日 (1999.7.16)

(71)出願人 000006769

ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(72)発明者 鬼木 隆行

東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72)発明者 石黒 敬二

東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内

(74)代理人 100074505

弁理士 池浦 敏明

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 口腔用ポリビニルアルコールハイドロゲル組成物

(57)【要約】

【課題】 機械的強度が高く、清掃力に優れた口腔用ポリビニルアルコールハイドロゲル組成物を提供する。

【解決手段】 酸無水物構造を分子中に少なくとも2つ含有する化合物とポリビニルアルコールとの複合体からなることを特徴とする口腔用ポリビニルアルコールハイドロゲル組成物。

ロゲルを製造する際に用いるPVA水溶液に補助成分を添加することによって行うことができる。前記補助成分には、例えば、研磨剤、薬用成分、pH調節剤、色素、香料等が含まれる。研磨剤としては、従来公知の各種のもの、例えば、沈降性シリカ、シリカゲル、アルミニシリケート、ジルコノシリケートであるシリカ系研磨剤、第2リン酸カルシウム・2水和物及び無水物、ピロリン酸カルシウム、炭酸カルシウム、水酸化アルミニウム、アルミナ、炭酸マグネシウム、第3リン酸マグネシウム、酸化チタン、ゼオライト、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸ジルコニウム、合成樹脂系研磨剤等が挙げられる。これらの研磨剤は、単独又は2種類以上を組み合わせて配合することができる。ハイドロゲルに配合される研磨剤の量は、ゲル化を妨げない範囲であれば制限されるものではないが、好ましくは2~50重量%が良い。研磨剤の量が2重量%未満の場合には十分な清掃効果を持たせることができず、一方、50重量%を超える場合にはゲル化を阻害する場合がある。

【0009】薬用成分としては、モノフルオロリン酸ナトリウム、モノフルオロリン酸カリウム等のアルカリ金属モノフルオロフосフェート、フッ化ナトリウムやフッ化第一錫等のフッ化物、トリクロサン、塩化セチルピリジニウム、塩化ベンザルコニウム、塩化ベンゼトニウム、塩酸クロロヘキシジン、トラネキサン酸、イブシロニアミノカプロン酸、グリチルリチン酸類、 $\beta$ -グリチルレチン酸、グリセロフォスフェート、ビサボロール、イソプロピルメチルフェノール、アズレンスルホン酸ナトリウム、アルミニウムクロロヒドロキシアントライン、ジヒドロコレステノール、アスコルビン酸ナトリウム、酢酸d1- $\alpha$ -トコフェロール、1-メントール等が挙げられる。色素、着色剤としては、種々のものが用いられるが、例えば赤色2号、赤色3号、赤色226号、黄色4号、黄色5号、青色1号、青色2号、緑色3号、青色201号、青色204号、雲母チタン等が挙げられる。

【0010】本発明のハイドロゲル組成物の形状は、特に限定されるものではないが、球形、立方体、シート等であることができる。本発明のハイドロゲルは、一般には口腔衛生品として口腔内で咀嚼することによって使用

されるが、必ずしもそれに限定されず、スティック状やシート状にして手で擦るような使用法も可能である。

#### 【0011】

【発明の効果】本発明のPVAハイドロゲルは、機械的強度が高く、物理的清掃力に優れ、使用場所を選ぶことなく手軽に口腔清掃を行うことのできる口腔用ゲルである。

#### 【0012】

【実施例】以下、実施例及び比較例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明は下記実施例に限定されるものではない。

#### 【0013】実施例1、2、比較例1

表1に示す成分組成(wt%)のPVAハイドロゲルを調製した。この場合、PVAハイドロゲルは、キシリトールを水に溶かした後、PVAを投入し、すぐに90°Cまで加熱し、PVAが溶解したら、そこに酸無水物含有物質としてメチルビニルエーテル/無水マレイン酸共重合体Aを添加し、90°Cの温度で10分間攪拌した後、冷却することにより行った。

【0014】(1) PVAハイドロゲルの評価項目  
PVAハイドロゲルを用いて咀嚼による破断を官能で評価した。また、同時に物理的清掃力を測定した。

(ゲルの破断の官能評価法) 調製したハイドロゲルを10mm角に切り、口の中で10回咀嚼した。その結果を歯ごたえ及び吐き出した後の外観で評価した。

×: 咀嚼中の破断して細かくなっていく。

△: 咀嚼中の歯ごたえはあるが、咀嚼後の外観にやや裂け目が見られる。

○: 咀嚼中十分な歯ごたえがあり、咀嚼後の外観も裂け目は見られない。

(物理的清掃力評価法) スライドガラスの上にパラフィン(融点42~44°Cと融点60~62°Cの混合物)約5gを均等に塗布し、これを37°Cの恒温槽に浸す。そしてこのパラフィンをハイドロゲルを使って3分間60rpmで擦ったときに削り取られるパラフィン重量を測定し物理的研磨力とした。前記した各評価結果を表1に示す。

#### 【0015】

#### 【表1】

項目	実施例1	実施例2	比較例
ポリビニルアルコール	10	10	10
メチルビニルエーテル /無水マレイン酸共重合体	3	10	—
キシリトール	20	20	20
精製水	バランス	バランス	バランス
破断評価	○	○	△
清掃力(mg)	24.9	25.4	19.8

【0016】表1に示したポリビニルアルコールにおい

て、その数平均重合度は1750であり、そのケン化度

は98.5モル%である。表1に示したメチルビニルエーテル／無水マレイン酸共重合体において、その共重合比は、メチルビニルエーテル1モル当り、無水マレイン

酸1モルの割合である。また、その数平均分子量は2.1×10<sup>5</sup>である。

【0017】

実施例3

ポリビニルアルコール	15.0% (重量%)
無水マレイン酸／ジイソブチレン共重合体	1.0
精製水	バランス

精製水にPVA（数平均重合度2400、ケン化度9.6mol 1%）を投入し、すぐに90℃まで加熱する。PVAが溶解したらそこに無水マレイン酸／ジイソブチレン共重合体Aを添加する。90℃に加熱した状態で30分間攪拌後、シート状の金型に流し込む。それを-20℃で凍結、室温で解凍の操作を3回繰り返すこと

で目的のシート状PVAハイドロゲルを得ることができた。前記無水マレイン酸／ジイソブチレン共重合体において、その共重合比は、ジイソブチレン1モル当り、無水マレイン酸2モルである。

【0018】

実施例4

ポリビニルアルコール	15.0% (重量%)
メチルビニルエーテル／無水マレイン酸共重合体	0.5
塩化セチルピリジニウム	0.1
緑色3号	微量
精製水	バランス

精製水にPVA（数平均重合度2600、ケン化度9.4mol 1%）、塩化セチルピリジニウム、緑色3号を投入し、すぐに90℃まで加熱する。PVAが溶解したらそこにメチルビニルエーテル／無水マレイン酸共重合体を添加する。90℃に加熱した状態で30分間攪拌

後、スティック状の金型に流し込む。それを-20℃で凍結、室温で解凍の操作を3回繰り返すことでの目的のスティック状PVAハイドロゲルを得ることができた。

【0019】

実施例5

ポリビニルアルコール	10.0% (重量%)
メチルビニルエーテル／無水マレイン酸／1,9-デカジエン共重合体	15.0
リン酸水素カルシウム	20.0
ソルビトール	10.0
精製水	バランス

精製水にPVA（数平均重合度2400、ケン化度6.5mol 1%）、リン酸水素カルシウム、ソルビトールを投入し、すぐに90℃まで加熱する。PVAが溶解したらそこにメチルビニルエーテル／無水マレイン酸／1,9-デカジエン共重合体を添加する。90℃に加熱した状態で10分間攪拌することでゲル化し、1cm角

の立方体に成形することで目的の立方体PVAハイドロゲルを得ることができた。前記共重合体において、その共重合比は、メチルビニルエーテル1モル当り、無水マレイン酸1モル、1,9-デカジエン1モルである。1,9-デカジエンは、部分架橋剤として作用する。

【0020】

実施例6

ポリビニルアルコール	12.0% (重量%)
メチルビニルエーテル／無水マレイン酸共重合体	1.0
沈降性シリカ	10.0
1-メントール	0.3
無水エタノール	20.0
精製水	バランス

精製水／エタノール溶液にPVA（数平均重合度1700、ケン化度97.0mol 1%）、沈降性シリカ、1-メントールを投入し、すぐに90℃まで加熱する。PVAが溶解したらそこにメチルビニルエーテル／無水マレイン酸共重合体を添加する。90℃に加熱した状態で3

0分間攪拌後、球状の金型に流し込む。それを-20℃で凍結、室温で解凍の操作を3回繰り返すことでの目的の球上PVAハイドロゲルを得ることができた。

【0021】

実施例7

ポリビニルアルコール	12.0% (重量%)
メチルビニルエーテル/無水マレイン酸共重合体	3.0
炭酸カルシウム	30.0
塩化セチルピリジニウム	0.3
精製水	バランス

精製水/エタノール溶液にPVA(数平均重合度1300、ケン化度93.0mol%)、炭酸カルシウム、塩化セチルピリジニウムを投入し、すぐに90℃まで加熱する。PVAが溶解したらそこにメチルビニルエーテル/無水マレイン酸共重合体を添加する。90℃に加熱し

## 実施例8

ポリビニルアルコール	12.0% (重量%)
メチルビニルエーテル/無水マレイン酸共重合体	1.0
水酸化アルミニウム	10.0
フッ化ナトリウム	0.3
クエン酸	0.05
クエン酸ナトリウム	0.3
雲母チタン	2.0
安息香酸ナトリウム	0.3
ペパーミント	0.3
無水エタノール	8.0
精製水	バランス

精製水/エタノール溶液にPVA(数平均重合度1750、ケン化度98.5mol%)、水酸化アルミニウム、フッ化ナトリウム、クエン酸、クエン酸ナトリウム、雲母チタン、安息香酸ナトリウムを投入し、すぐに90℃まで加熱する。PVAが溶解したらそこにメチルビニルエーテル/無水マレイン酸共重合体を添加する。90℃に加熱した状態で30分間攪拌後、放冷しペパー

た状態で15分間攪拌することでゲル化し、1cm角の立方体に成形することで目的の立方体PVAハイドロゲルを得ることができた。

## 【0022】

ミントを滴下した。スティック状の金型に流し込み、それを-20℃で凍結、室温で解凍の操作を3回繰り返すことで目的のスティック状PVAハイドロゲルを得ることができた。

【0023】前記実施例3~8で得られたPVAハイドロゲルは、いずれも機械的強度は高く、かつ口腔内清掃力に優れたものである。

## フロントページの続き

Fターム(参考) 4C083 AA122 AB032 AB052 AB172  
 AB222 AB282 AB322 AB432  
 AB472 AC102 AC132 AC302  
 AC312 AC692 AC792 AD092  
 AD111 AD112 AD532 CC41  
 DD11 DD41 EE35  
 4J002 BB04X BB17X BE02W BE04X  
 BG01X BH02X FD200 GB00